

## ELECTROPHOTOGRAPHIC DEVELOPER COMPOSITION

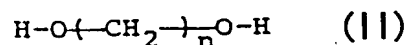
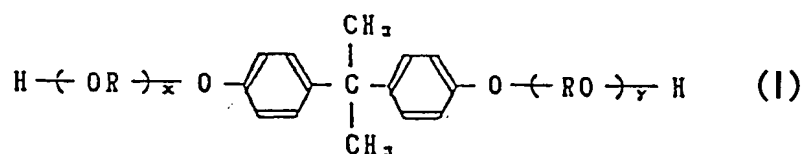
Patent number: JP1155360  
 Publication date: 1989-06-19  
 Inventor: MORIMOTO HIDETSUGU; SEMURA TETSUHIRO;  
 KAWABE KUNIYASU  
 Applicant: KAO CORP  
 Classification:  
 - international: G03G9/08  
 - european: G03G9/087D4  
 Application number: JP19870315525 19871214  
 Priority number(s): JP19870315525 19871214

[Report a data error here](#)

## Abstract of JP1155360

**PURPOSE:** To obtain a developer capable of preventing offset and being fixed at low fixing temperature by using a specified polyester resin as the main component of a binder resin. **CONSTITUTION:** The polyester to be used as the main component of the binder resin is obtained by polycondensing at least (A) a diol component represented by formula I (in which R is ethylene or propylene and each of x and y is an integer of  $\geq 1$  and an average value of  $x+y$  is 2-7), (B) another diol component represented by formula II (in which n is an integer of 2-6), (C) a divalent carboxylic acid or its anhydride or its lower alkyl ester, and (D) a trivalent or higher polyvalent carboxylic acid or its anhydride or its lower alkyl ester in an A:B:C+D molar proportion of 10-30:10-25:2.5-15mol.% of the total polyester constituents, thus permitting the obtained developer to have low temperature fixability, enhanced offset resistance, and long life, and to prevent blocking.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



## ⑫ 公開特許公報(A)

平1-155360

⑤Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④公開 平成1年(1989)6月19日

G 03 G 9/08

3 3 1

7265-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

④発明の名称 電子写真用現像剤組成物

②特 願 昭62-315525

②出 願 昭62(1987)12月14日

⑦発明者 森 本 英 嗣 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社和歌山研究所内  
 ⑦発明者 瀬 村 哲 弘 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社和歌山研究所内  
 ⑦発明者 河 辺 邦 康 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社和歌山研究所内  
 ⑦出願人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
 ⑦代理人 弁理士 古 谷 馨

## 明 細 書

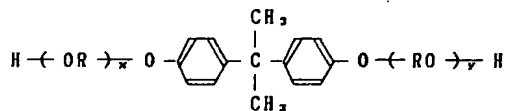
## 1. 発明の名称

電子写真用現像剤組成物

## 2. 特許請求の範囲

1. 結着樹脂及び着色剤並びに所望に応じて他の添加剤を含有する電子写真用現像剤組成物に於いて、該結着樹脂の主成分がポリエステル樹脂より成り、該ポリエステル樹脂部分は、少なくとも

(イ) 次式

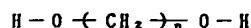


(式中、R はエチレン又はプロピレン基、

x, yはそれぞれ1以上の整数であり、かつ  
 x+yの平均値は2~7である。)

で表されるジオール成分を全構成成分中10  
 モル%以上30モル%以下と、

(ロ) 次式



(式中、n は2ないし6の整数である。)

で表されるジオール成分を全構成成分中10  
 モル%以上25モル%未満と、

(ハ) 2価のカルボン酸又はその酸無水物又は  
 その低級アルキルエステルと、

(ニ) 3価以上の多価カルボン酸又はその酸無  
 水物又はその低級アルキルエステルを全構  
 成成分中2.5モル%以上15モル%未満

とを共縮重合したポリエステル樹脂であるこ  
 とを特徴とする電子写真用現像剤組成物。

2. 前記2価カルボン酸の主成分がテレフタル  
 酸又はその低級アルキルエステルであることを  
 特徴とする特許請求の範囲第1項記載の電  
 子写真用現像剤組成物。

3. 結着樹脂の軟化点が106℃以上160℃以下で  
 あって、ガラス転移温度が50℃以上80℃以下  
 であることを特徴とする特許請求の範囲第1  
 項記載の電子写真用現像剤組成物。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、電子写真、静電記録、静電印刷などにおける静電荷像を現像する為の現像剤組成物に関するものである。

(従来の技術及びその問題点)

従来電子写真法としては、米国特許第2297691号、同第2357809号明細書等に記載されている如く、光導電性絶縁層を一様に帯電させ、次いでその層を露光せしめ、その露光された部分上の電荷を消散させる事により電気的な潜像を形成し、更に該潜像にトナーと呼ばれる着色された電荷をもった微粉末を付着せしめる事によって可視化させ(現像工程)、得られた可視像を転写紙等の転写材に転写せしめた後(転写工程)、加熱、圧力或いはその他適当な定着法により永久定着せしめる(定着工程)工程からなる。

この様にトナーは単に現像工程のみならず、転写工程、定着工程の各工程に於いて要求される機能を備えていなければならない。

一般にトナーは現像装置内で機械的動作中に受ける剪断力、衝撃力による機械的な摩擦力を

受け、数千枚乃至数万枚コピーする間に劣化する。この様なトナーの劣化を防ぐには機械的な摩擦力に耐えうる分子量の大きな強靱な樹脂を用いれば良いが、これらの樹脂は一般に軟化点が高く、非接触定着方式であるオープン定着、赤外線によるラジアント定着では熱効率が悪い為に定着が充分に行われず、又、接触定着方式で熱効率が良い為、広く用いられているヒートローラー定着方式に於いても、充分に定着させる為ヒートローラーの温度を高くする必要が生じ、定着装置の劣化、紙のカール、消費エネルギーの増大等の弊害を招くばかりでなく、この様な樹脂を使用すると粉碎性が悪いため、トナーを製造する際、製造効率が著しく低下する。その為、結着樹脂の重合度、更には軟化点も余り高いものは用いる事ができない。一方ヒートローラー定着方式は加熱ローラー表面と被定着シートのトナー像面が圧接触する為、熱効率が著しく良く、低速から高速に至るまで広く使用されているが、加熱ローラー面とトナー像面が

接触する際、トナーが加熱ローラー表面に付着して後続の転写紙等に転写される、所謂オフセット現象が生じ易い。この現象を防止する為、加熱ローラー表面を弗素系樹脂等の離型性の優れた材料で加工するが、更に加熱ローラー表面にシリコンオイル等の離型剤を塗布して対処している。

しかしながら、シリコンオイル等を塗布する方式は、定着装置が大きくなりコスト高となるばかりでなく複雑になる為、トラブルの原因にもなり易く好ましいものではない。

又、特公昭55-6895号、特開昭56-98202号公報に記載の如く、結着樹脂の分子量分布幅を広くする事によりオフセット現象を改良する方法もあるが、一般に樹脂の重合度が高くなり使用定着温度も高く設定する必要がある。

更に改良された方法として、特公昭57-493号、特開昭50-44836号、特開昭57-37353号公報記載の如く、樹脂を非対称化、架橋化せしめる事によってオフセット現象を改善する方法があるが

定着点は改善されていない。

一般に、最低定着温度は低温オフセットと高温オフセットの間にある為、使用可能温度領域は、最低定着温度と高温オフセットとの間となり、最低定着温度をできるだけ下げる事、高温オフセット発生温度をできるだけ上げる事により使用定着温度を下げる事ができると共に使用可能温度領域を広げる事ができ、省エネルギー化、高速定着化、紙のカールを防ぐ事ができる。又、両面コピーがトラブルなくできる為、複写機のインテリジェント化、定着装置の温度コントロールの精度、許容幅の緩和等数々の利点がある。

その為、常に定着性、耐オフセット性の良い樹脂、トナーが望まれている。

この様な要求を達成する為スチレン系の結着樹脂を使用する場合には特開昭49-65232号、特開昭50-28840号、特開昭50-81342号公報記載の如く、パラフィンワックス、低分子量ポリオレフィン等をオフセット防止剤として添加する方

法が知られているが、添加量が少ないと効果がなく、多いと現像剤の劣化が早い事も確認されている。

ポリエステル樹脂は本質的に定着性が良く、米国特許第3590000号明細書記載の如く、非接触定着方式に於いても十分に定着されるが、オフセット現象が発生し易くヒートローラー定着方式には使用が困難であった。特開昭50-44836号、特開昭57-37353号、特開昭57-109875号公報記載の如く、多価カルボン酸を使用し耐オフセット性を改良したポリエステル樹脂は、使用するに十分な耐オフセット性を有していないか、又は有しているものはポリエステル樹脂が本来有している低温定着性を犠牲にしている場合が多く、問題があった。

本発明はこれらの要求を満たす為になされたものであり、その目的はヒートローラー定着方式に於いてオフセット防止液を塗布することなく、オフセットが防止され、かつより低い定着温度で定着できる現像剤を提供する事にある。

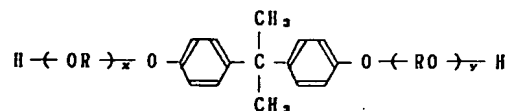
本発明の他の目的は、ブロッキングの生じない、かつ寿命の長い（劣化し難い）現像剤を提供する事にある。

本発明の更なる目的は粉砕性の良好な樹脂及びトナーを提供する事にある。

（問題点を解決するための手段）

即ち本発明は、結着樹脂及び着色剤並びに所望に応じて他の添加剤を含有する電子写真用現像剤組成物に於いて、該結着樹脂の主成分がポリエステル樹脂より成り、該ポリエステル樹脂部分は、少なくとも

(イ) 次式



（式中、R はエチレン又はプロピレン基、x, yはそれぞれ1以上の整数であり、かつx+yの平均値は2～7である。）

で表されるジオール成分を全構成成分中10モル%以上30モル%以下と、

(ロ) 次式



（式中、n は2ないし6の整数である。）

で表されるジオール成分を全構成成分中10モル%以上25モル%未満と、

(ハ) 2価のカルボン酸又はその酸無水物又はその低級アルキルエステルと、

(ニ) 3価以上の多価カルボン酸又はその酸無水物又はその低級アルキルエステルを全構成成分中2.5モル%以上15モル%未満

とを共縮重合したポリエステル樹脂であることを特徴とする電子写真用現像剤組成物に係わるものである。

本発明において結着樹脂の主成分として用いられる樹脂中のポリエステル部分は、アルコールとカルボン酸、もしくはカルボン酸エステル、カルボン酸無水物との縮重合により得られるが、アルコール成分の内（イ）のジオール成分としては、ポリオキシプロピレン(2.2) -2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリ

オキシプロピレン(3.3) -2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシエチレン(2.0) -2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン(2.0) -ポリオキシエチレン(2.0) -2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン(6) -2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン等を挙げることができる。

(イ) のジオール成分は全構成成分中10モル%以上30モル%以下で使用されるが、10モル%未満ではポリエステル樹脂の負帯電性が減少し、30モル%を超えると、樹脂及びトナーの粉砕性が悪化し好ましくない。

(ロ) のジオール成分としては、エチレングリコール、1,3-プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサングリコールを挙げることができる。中でもエチレングリコール、1,3-プロピレングリコール、1,4-ブタンジオールが好ましく用いられる。

(ロ) のジオール成分は全構成成分中10モル%以上25モル%未満で使用されるが、10モル%未満ではトナーの最低定着温度が高くなり、25モル%以上では樹脂が結晶性を帯びてきて、特公昭57-493号公報に記載の如く、好ましくない。

又、場合により他のジオール、例えばジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1,2-エポキシプロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,4-ブテンジオール等のジオール類、ビスフェノールA、水素添加ビスフェノールA、その他の2価のアルコールを加える事ができる。

又、本発明における(ハ)のカルボン酸成分としては、例えば、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、イタコン酸、グルタコン酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、シクロヘキサジカルボン酸、コハク酸、アジピン酸、セバシン酸、アゼライン酸、マロン酸、又はn-ドデセニルコハク酸、n-ドデシルコハク酸等のアルケニルコハク酸、もしくはアルキルコ

酸、1,2,5-ヘキサントリカルボン酸、1,3-ジカルボキシ-2-メチル-2-メチレンカルボキシプロパン、テトラ(メチレンカルボキシ)メタン、1,2,7,8-オクタンテトラカルボン酸、エンボール三量体酸、及びこれらの無水物、低級アルキルエステル、その他の3価以上のカルボン酸を挙げることができる。

本発明において用いられる結着樹脂としては、軟化点が106℃以上160℃以下、ガラス転移温度が50℃以上80℃以下のものが好ましいが、軟化点が106℃未満では十分な非オフセット域を得るのに効果がなく、160℃を越えれば最低定着温度が高くなる等、好ましくない現象が発生する。一方、ガラス転移温度が50℃未満ではトナー化後の保存安定性が悪くなり、80℃を越えれば定着性に悪影響を及ぼすようになり、好ましくない。

本発明に使用するポリエステル樹脂は多価カルボン酸成分とポリオール成分とを不活性ガス雰囲気中にて180~250℃の温度で縮重合する事

ハク酸、これらの酸の無水物、低級アルキルエステル、その他の2価のカルボン酸を挙げることができる。

これらのうち、テレフタル酸、又はその低級アルキルエステルが特に好ましい。

又、本発明における(ニ)の3価以上の多価カルボン酸又はその誘導体は、オフセット現象を改良する好ましい成分であるが、少ないと効果がうすく、又、ポリエステル樹脂及びトナーの粉碎性が悪化し、多い場合は反応のコントロールが難しく、安定した性能のポリエステル樹脂が得難いばかりでなく、最低定着温度が高くなる等、好ましくない現象が発生する。従って

(ニ)の3価以上の多価カルボン酸又はその誘導体の使用量は全構成成分中2.5モル%以上15モル%未満が望ましい。具体的に(ニ)の3価以上の多価カルボン酸又はその誘導体としては、1,2,4-ベンゼントリカルボン酸、2,5,7-ナフタレントリカルボン酸、1,2,4-ナフタレントリカルボン酸、1,2,4-ブタントリカルボン

により製造する事ができる。この際、反応を促進せしめる為通常使用されているエステル化触媒、例えば酸化亜鉛、酸化第一錫、ジブチル錫オキシド、ジブチル錫ジラウレート等を使用する事ができる。又同様の目的の為減圧下にて製造する事もできる。

本発明に係るポリエステル樹脂を結着樹脂の主成分として用いてトナーを得るが、例えばトナー化での粉碎性を更に向上させるべく、数平均分子量が11,000以下のスチレンもしくはスチレン-アクリル系樹脂等、他の樹脂を結着樹脂中の30重量%まで用いてもよい。トナー調製時には着色剤、必要に応じて電荷制御剤、磁性体が添加される以外にオフセット防止剤としてワックス、流動性向上剤として疎水性シリカ等、特性改良剤が添加されるが、本発明に係るポリエステル樹脂を結着樹脂として用いた場合、該特性改良剤を加えなくても良く、又、添加する場合でも添加量は少なくても済む。

本発明に用いられる着色剤としては、サーマ

ルブラック法、アセチレンブラック法、チャンネルブラック法、ランプブラック法等により製造される各種のカーボンブラック、フタロシアニンブルー、パーマネントブラウンFG、ブリリアントファーストスカーレット、ピグメントグリーンB、ローダミン-B ベース、ソルベントレッド49、ソルベントレッド146、ソルベントブルー35等及びそれらの混合物等を挙げる事ができ、通常、結着樹脂100重量部に対し1~15重量部程度が使用される。

本発明のポリエステル樹脂は樹脂自体が負の摩擦帯電性を有するので、荷電制御剤を用いずに負帯電性トナーを得る事が出来るが、初期から帯電量を確保する目的で負帯電性の荷電制御剤を、又、帯電量の経時安定性を確保する目的で正帯電性の荷電制御剤を併用しても良い。

正の荷電制御剤の具体例としては、ニグロシン系染料、例えば「ニグロシンベースEX」、「オイルブラックBS」、「オイルブラックS0」、「ボントロン N-01」、「ボントロン N-11」

される。

本発明におけるポリエステル樹脂を必須成分として、着色剤と、場合によっては特性改良剤とを均一分散後、公知の方法にて熔融混練、冷却、粉碎、分級後、平均粒径5~15 $\mu$ mのトナーを得るが、該トナーは磁性粉体、即ち、酸化鉄系キャリアー、真球状酸化鉄系キャリアー、又はフェライト系キャリアーを樹脂等でコートしたものと混合することにより、乾式2成分現像剤として用いられる。

本発明に係る結着樹脂を用いて磁性トナーとする場合、磁性体としては、鉄、コバルト、ニッケル等の強磁性金属の粉末もしくはフェライト、ヘマタイト、マグネタイト等強磁性を示す元素を含む合金あるいは化合物を挙げる事ができ、該磁性体は平均粒径0.1~1 $\mu$ mの微粉末の形で、結着樹脂100重量部に対して40~70重量部程度を分散せしめて用いる事ができる。

〔実施例〕

以下、結着樹脂の製造例及び本発明の実施例

(以上、オリエント化学社製)等、三級アミンを側鎖として含有するトリフェニルメタン系染料、四級アンモニウム塩化合物、例えば「ボントロン P-51」(オリエント化学社製)、セチルトリメチルアンモニウムブロミド等、ポリアミン樹脂、例えば「APP-B」(オリエント化学社製)等、その他を挙げる事ができる。

負の荷電制御剤としては、合金系アゾ染料、例えば「バリファーストブラック3804」、「ボントロン S-31」、「ボントロン S-32」、「ボントロン S-34」、「ボントロン S-36」、(以上オリエント化学社製)、「アイゼン スピロブラック TVH」(保土ヶ谷化学社製)等、銅フタロシアニン染料、サリチル酸のアルキル誘導体の金属錯体、例えば「ボントロン E-82」、「ボントロン E-84」、「ボントロン E-85」(以上、オリエント化学社製)等、その他を挙げる事ができる。

以上の荷電制御剤は結着樹脂に対して、0.1~8.0重量%、好ましくは0.2~5.0重量%含有

について述べるが、本発明はこれらの例に限定されるものではない。

尚、実施例に示す組成割合はすべて重量部で表すものである。

#### 製造例1

ポリオキシプロピレン(2.2)-2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン 460g、エチレングリコール72g、テレフタル酸 306g、1,2,4-ベンゼントリカルボン酸無水物(無水トリメリット酸)90g、及び1.2gのジブチル錫オキシドをガラス製2ℓの4つ口フラスコに入れ、温度計、ステンレス製攪拌棒、流下式コンデンサー、及び窒素導入管を取り付け、マントルヒーター中で窒素気流下にて190℃にて5時間、その後220℃にて攪拌しつつ反応せしめた。重合度はASTM E 28-51Tに準ずる軟化点より追跡を行い、軟化点が130℃に達した時反応を終了した。

得られた樹脂は淡黄色の固体であり、DSC(示差熱量計)によるガラス転移温度は表1に示し

た。当該樹脂を結着樹脂(1)とする。

#### 製造例 2～12

表 1 に示した原料組成にて製造例 1 と同様の操作を行い、結着樹脂(2)～(12)を製造した。

但し、結着樹脂(5)については、反応初期は170℃で脱メタノールさせ、後半は220℃で反応を進行せしめた。

得られた樹脂の物性を表 1 に示した。

表 1 結着樹脂とその構成モノマー

|                 |  | 結着樹脂(1) | 結着樹脂(2) | 結着樹脂(3) | 結着樹脂(4) | 結着樹脂(5) | 結着樹脂(6) |
|-----------------|--|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 構成モノマー<br>(モル%) | ポリオキシプロピレン(2,2)-2,2-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)プロパン | 27      | 27      | 22      | 12      | 12      | 27      |
|                 | ポリオキシエチレン(2)-2,2-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)プロパン    | —       | —       | 5       | —       | —       | —       |
|                 | エチレングリコール                                | 24      | 20      | 20      | —       | 10      | 20      |
|                 | 1,3-プロピレングリコール                           | —       | —       | —       | 14      | —       | —       |
|                 | 1,4-ブタンジオール                              | —       | —       | —       | —       | 4       | —       |
|                 | 1,2-プロピレングリコール                           | —       | —       | 4       | 25      | 25      | 4       |
|                 | ジエチレングリコール                               | —       | 4       | —       | —       | —       | —       |
|                 | テレフタル酸                                   | 39      | 39      | 39      | 39      | —       | 34      |
|                 | テレフタル酸ジメチル                               | —       | —       | —       | —       | 39      | —       |
|                 | ドデセニル無水コハク酸                              | —       | —       | —       | —       | —       | 5       |
| 樹脂物性            | 無水トリメリット酸                                | 10      | 10      | 10      | 10      | 10      | 10      |
|                 | 環球式軟化点 (℃)                               | 130     | 130     | 130     | 130     | 130     | 130     |
|                 | ガラス転移温度 (℃)                              | 64      | 62      | 64      | 68      | 65      | 63      |

表1の続き

|                 |  | 結着樹脂(7) | 結着樹脂(8) | 結着樹脂(9) | 結着樹脂(10) | 結着樹脂(11) | 結着樹脂(12) |
|-----------------|--|---------|---------|---------|----------|----------|----------|
| 構成モノマー<br>(モル%) | ポリオキシプロピレン(2,2)-2,2-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)プロパン | 27      | 27      | 30      | 35       | 27       | 27       |
|                 | ポリオキシエチレン(2)-2,2-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-プロパン   | —       | —       | —       | —        | —        | —        |
|                 | エチレングリコール                                | 24      | 24      | 8       | 16       | 24       | 24       |
|                 | 1,3-プロピレングリコール                           | —       | —       | —       | —        | —        | —        |
|                 | 1,4-ブタンジオール                              | —       | —       | —       | —        | —        | —        |
|                 | 1,2-プロピレングリコール                           | —       | —       | 13      | —        | —        | —        |
|                 | ジエチレングリコール                               | —       | —       | —       | —        | —        | —        |
|                 | テレフタル酸                                   | 39      | 39      | 39      | 39       | 47       | 31       |
|                 | テレフタル酸ジメチル                               | —       | —       | —       | —        | —        | —        |
|                 | ドデセニル無水コハク酸                              | —       | —       | —       | —        | —        | —        |
|                 | 無水トリメリット酸                                | 10      | 10      | 10      | 10       | 2        | 18       |
| 樹脂物性            | 環球式軟化点 (℃)                               | 103     | 165     | 130     | 130      | 130      | 130      |
|                 | ガラス転移温度 (℃)                              | 54      | 69      | 69      | 68       | 65       | 63       |

実施例1～6、参考例1～3及び比較例1～4

下記組成の材料をヘンシェルミキサーで混合後、2軸押し出し機にて熔融混練し、冷却後、通常の粉砕・分級工程を経て平均粒径11 $\mu$ mのトナーを調整した。

&lt;組 成&gt;

実施例1

結着樹脂(1) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部  
(三菱化成工業社製)

実施例2

結着樹脂(2) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

実施例3

結着樹脂(3) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

実施例4

結着樹脂(4) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

実施例5

結着樹脂(5) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

実施例6

結着樹脂(6) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

参考例1

結着樹脂(7) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

参考例2

結着樹脂(8) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

参考例3

結着樹脂(7) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

ポリプロピレンワックス 4 部  
「ビスコール 550P」(三洋化成社製)

比較例1

結着樹脂(9) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部

比較例2

結着樹脂(10) 93 部

カーボンブラック「#44」 7 部



## 比較例 3

|               |      |
|---------------|------|
| 結着樹脂(0)       | 93 部 |
| カーボンブラック「#44」 | 7 部  |

## 比較例 4

|               |      |
|---------------|------|
| 結着樹脂(0)       | 93 部 |
| カーボンブラック「#44」 | 7 部  |

以上の実施例 1～6 で得られたトナーをそれぞれトナー 1～トナー 6 とし、参考例 1～3 で得られたトナーをそれぞれ参考トナー 1～参考トナー 3、比較例 1～4 で得られたトナーをそれぞれ比較トナー 1～比較トナー 4 とする。

以上のトナー各々 39 部と樹脂被覆された鉄粉 1261 部とを混合して現像剤を調製し、市販の電子写真複写機（感光体はアモルファスセレン、定着ローラーの回転速度は 255mm/sec、定着装置中のヒートローラー温度を可変にし、オイル塗布装置を除去したもの）にて画像出しを行った。

定着温度を 120℃～220℃にコントロールし、画像の定着性、オフセット性を評価した結果を

表 2 に示す。

ここでの最低定着温度とは底面が 15mm×7.5mm の砂消しゴムに 500g の荷重を載せ、定着機を通して定着された画像の上を 5 往復こすり、こする前後でマクベス社の反射濃度計にて光学反射密度を測定し、以下の定義による定着率が 70% を越える際の定着ローラーの温度をいう。

$$\text{定着率} = \frac{\text{こすった後の像濃度}}{\text{こする前の像濃度}}$$

又、保存安定性については、各トナーの 50℃、相対湿度 40% の条件下で 24 時間放置したときの凝集の発生の程度を評価した。その結果も表 2 に示す。

表 2

| ト ナ ー   | 最低定着<br>温 度<br>(℃) | 低温オフセット<br>消 滅 温 度<br>(℃) | 高温オフセット<br>発 生 温 度<br>(℃) | 保 存<br>安 定 性 | 樹 脂 の<br>粉 碎 性* |
|---------|--------------------|---------------------------|---------------------------|--------------|-----------------|
| ト ナ ー 1 | 138                | 130                       | 220<                      | 良            | ◎               |
| " 2     | 135                | 130                       | 220<                      | "            | ◎               |
| " 3     | 138                | 130                       | 220<                      | "            | ◎               |
| " 4     | 140                | 130                       | 220<                      | "            | ◎               |
| " 5     | 139                | 130                       | 220<                      | "            | ◎               |
| " 6     | 136                | 130                       | 220<                      | "            | ◎               |
| 参考トナー 1 | 125                | 190                       | 200                       | "            | ◎               |
| " 2     | 170                | 130                       | 220<                      | "            | ○               |
| " 3     | 165                | 160                       | 210                       | 悪            | ◎               |
| 比較トナー 1 | 165                | 130                       | 220<                      | 良            | ○               |
| " 2     | 140                | 130                       | 220<                      | "            | △               |
| " 3     | 140                | 140                       | 200                       | "            | ×               |
| " 4     | 155                | 130                       | 220<                      | "            | ◎               |

注)

## \* 樹脂の粉碎性:

簡易粉碎試験により評価した。即ち、通常の粉碎工程を終わった樹脂を篩にかけ、16メッシュを通過し、20メッシュは通過しない樹脂粉体を得る。上記の分級された樹脂粉体を30.00 g 精秤し、コーヒーマル (PHILIPS社製HR-2170タイプ) にて15秒間粉碎後、32メッシュの篩にかけ、通過しない樹脂の重量 (A) g を精秤する。

次式

残存率 (%) =

$$\frac{A \quad (\text{g})}{\text{コーヒーマル粉碎前の樹脂の重量 (30.00g)}} \times 100$$

により残存率を求めるが、以上の操作を3回行い平均し、平均残存率が0~15.0%を〔◎〕、15.1~30.0%を〔○〕、30.1~45.0%を〔△〕、45.1~100%を〔×〕と表示する。

表2から明らかな様に本発明に係わるトナー1~6については最低定着温度が低く、非オフセット域も広く、保存安定性も良好で、樹脂の粉碎性も良好であり、ひいてはトナー化での粉碎性も良好であった。しかし、参考トナー1は最低定着温度は低いものの非オフセット域が狭く、それにワックスを添加して非オフセット域を広げた参考トナー3では最低定着温度が高くなってしまった。参考トナー2及び比較トナー1, 4は最低定着温度が高かった。比較トナー2, 3は樹脂の粉碎性、ひいてはトナーの粉碎性が悪かった。又、比較トナー4に用いた結着樹脂02は製造安定性の悪いものであった。

出願人代理人 古 谷 馨